Columbin und Colombosäure.

Bestandteile der Colombowurzel.

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung der Doctorwürde

der

hohen philosophischen Facultät

der

Königlichen Friedrich-Alexanders-Universität

zu Erlangen,

vorgelegt

von

Friedrich Schemmann

aus **Hagen** i. Westf.

Hagen, 1892.

Druck von Gustav Butz.

Die vorliegende Arbeit wurde im Laboratorium für angewandte Chemie und pharmazeutischen Institute der Universität Erlangen unter Leitung von Hofrat Professor Dr. Hilger ausgeführt.

Columbin und Colombosäure.

Bestandteile der Colombowurzel.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41535708_0134

Die Colombowurzel ist schon seit Jahrhunderten ein bekanntes und häufig angewandtes Arzneimittel. Die Stammpflanze *Jateorrhiza Columba,* die mehrere Synonymen besitzt, ein dioëcischer, windender Strauch mit krautigen, jährlich absterbenden Stengeln, ist einheimisch in den Urwäldern des von Portugal kolonisirten mittleren Striches der Afrikanischen Ostküste.

Ausser dem Reichtum an Stärke und Fett sind wohl die Hauptbestandteile der Wurzel das Columbin, die Colombosäure und das Berberin.

In vorliegender Arbeit wurden Columbin und die an die Berberinbase gebundene Colombosäure berücksichtigt. Wittstock[1]) stellte 1830 zuerst das Columbin dar. Rose gab dazu eine Beschreibung der Krystalle nach Messungen mit dem Reflectionsgoniometer. Wittstock zog die Wurzel mit 75 % Alcohol aus. Den vom Alcohol befreiten braunen Rückstand nahm er mit Wasser auf und schüttelte mit Aether aus. Beim Verdunsten des Aethers schied sich Columbin aus, welches mit kaltem Aether gewaschen und zwischen Fliesspapier getrocknet, aus siedendem wasser- und alkoholfreiem Aether umkrystallisirt wurde. Er teilt noch mit, dass ein Reinigen durch Tierkohle viele Verluste bringe. Ferner führt er 2 Verbrennungen über das bei 115 ° getrocknete Columbin an

I.	65 . 11 % C	II.	65 . 29 % C
	5 . 95 % H.		6 . 01 % H.

und stellt die Formel C_{42} H_{22} O_{14} auf.

Lebourdais[2]) lässt den Alcoholauszug verdunsten, oder filtrirt einen wässerigen Auszug der Wurzel durch Kohle, zieht die Kohle mit Alcohol aus, lässt letzteren verdunsten und will so Columbin erhalten haben.

---

[1]) Poggendorfs Annalen. XIX.

[2]) Annalen d. Ph. u. Ch. 67.

Duquesnel[1]) zieht die Wurzel auch mit Alcohol aus, nimmt den Rückstand mit Chloroform auf, destillirt Letzteres ab, entfernt den Farbstoff durch schwachen Alcohol, und reinigt Columbin durch starken Alcohol. Dr. Beckurts schreibt dann über die von Roux angegebenen physiologischen Wirkungen des krystallisirten Columbins, welcher die Maximaldose des leicht zu heftig wirkenden Mittels als 0,04 pro die feststellt und rät, an Stelle des Columbins lieber die gepulverte Wurzel in Verwendung zu nehmen.

Ueber Columbin verbreiten sich noch E. Paternò und A. Oglialoro,[2]) indem sie beweisen, dass Columbin und Limonin, trotz ihrer nahen übereinstimmenden Zusammensetzung doch nicht identisch sind, wie man früher wohl angenommen hatte. Sie geben Notizen über beide Körper und stellen den Schmelzpunkt des Limonins auf 275 °, denjenigen des Columbins auf 182 °. Bei der Reinigung des Columbins wurde von ihnen noch eine in Alcohol weniger lösliche Verbindung erhalten, welche aus Eisessig in bei 218—220 ° schmelzenden Prismen krystallisirt und 1 % C weniger als Columbin enthalten soll.

Ueber die Darstellung der Colombosäure schreibt Boedecker[3]) folgendes: Er zieht das getrocknete alcoholische Extract der Wurzel mit Kalkwasser aus, versetzt mit nicht überschüssiger Salzsäure und filtrirt den entstandenen Niederschlag bald ab, weil später sich auch Berberin ausscheidet. Den Niederschlag wäscht er mit Wasser und kocht nach dem Trocknen mit Aether, löst den Niederschlag in Kalilauge und fällt mit Salzsäure wieder aus. Die getrocknete Säure stellt ein gelbes Pulver dar, welches sich in Aether und Wasser fast gar nicht löst. Aus der alkoholischen Lösung der Säure stellt er mit Bleiacetat ein basisches Salz dar, welches die Zusammensetzung $(C_{21}\ H_{22}\ O_6)_4\ 3\ PbO + 5\ H_2O$ besitzen soll.

Als Formel für die lufttrockene Säure stellt er auf $C_{21}\ H_{24}\ O_7$, für die bei 115 ° getrocknete $C_{21}\ H_{22}\ O_6$. Boedecker giebt an, indem er über die Reinigung des Columbins berichtet, dass dieses immer von einer gelb färbenden Substanz begleitet gewesen sei,

[1]) Jahresbericht f. Pharmacie u. Pharmacognosie. Dr Beckurts. 1886.
[2]) Berl. Ber. 92.
[3]) Annalen d. Chem. u. Pharm. 69.

die er später als Berberin erkannt hat. Er verbreitet sich über das Columbin und seine Eigenschaften und sagt zum Schlusse, er glaube, dass das Berberin in der Wurzel an Colombosäure gebunden sei und fügt hinzu, indem er die Bestandteile der Wurzel (Columbin, Columbosäure und Berberin) mit denen der Kockelskörner verglichen (Pikrotoxin, Cocculinsäure, Menispermin), dass in der Colombowurzel durch Aufnahme von N und Bildung von NH_3

2 aeq. Columbin	=	$C_{84}\ H_{44}\ O_{28}$
+ 1 aeq. Ammoniak		$N\ H_3$
		$C_{84}\ H_{47}\ O_{28}\ N$
geben würden 1 Mol. Berberin		$C_{42}\ H_{18}\ O_9\ N$
+ 1 Mol. Colombosäure		$C_{42}\ H_{21}\ O_8$
+ 8 aq		$H_8\ O_8$
		$C_{84}\ H_{47}\ O_{28}\ N.$

Ueber *Extractum Colombo* und seine Untersuchung schreibt A. Kremel[1]). Er führt zunächst eine charakteristische Identitätsreaction für Berberin an. Er löst etwas Extract in concentr. Salzsäure und setzt einen Tropfen Chlorwasser zu, wobei in Folge des Gehaltes an Berberin eine himbeerrote Färbung an der Oberfläche auftritt. Er spricht dann von dem Aussehen des Colomboextraktes unter dem Mikroscop und vermutet, durch die verschiedenen Krystalle veranlasst, dass neben Columbin noch ein krystallisirtes Berberinsalz in der Wurzel vorhanden sei.

Um den Gehalt des Columbins und Berberins in dem Extrakte zu bestimmen, nimmt er eine bestimmte Menge (1—2,0), löst in Alcohol, trocknet mit der 3—4 fachen Menge Kreidepulver im Wasserbade und zieht aus diesem getrockneten Pulver das Columbin mit Aether, das Berberin mit Chloroform aus. Er hat auf diese Weise im Extrakte 5 % Columbin, 13,60 % Berberin gefunden.

Ernesto Bocchiola[2]) hat verschiedene Analysen der Colombowurzel angefertigt. Er hat Columbin und Berberin nach dem oben angeführten Verfahren von Kremel bestimmt und hat noch Wassergehalt, Asche, Extrakt, Kiesel und Phosphorsäurebestimmungen der Wurzel vorgenommen.

---

[1]) Jahresbericht f. Pharmacie, Toxicologie. 1887.

[2]) Chem. Centralblatt. 1891.

Prof. Dr. Schmidt berichtet in seiner pharmaceutischen Chemie über die Darstellung des Columbins und der Colombosäure in der oben angegebenen Weise.

Ueber Columbin sagt er, es krystallisirt in weissen, geruchlosen, bitter schmeckenden Nadeln oder Säulen von neutraler Reaction, die sich kaum in Wasser, schwer in kaltem Alcohol und Aether, leicht in siedendem Alcohol und Aether lösen. Mit concentr. Schwefelsäure löst es sich mit dunkelroter Farbe.

Als Colombosäure $C_{21}\ H_{22}\ O_6 + 1^1/_2\ H_2O$ wird eine wenig charakterisirte, amorphe, gelbe Verbindung von bitterem Geschmack und saurer Reaction angegeben.

Die in vorstehender Literaturübersicht hervortretenden unklaren Verhältnisse über die Bestandteile der Columbowurzel, die noch nicht sicher feststehende chemische Charakteristik des Bitterstoffes Columbin, sowie der Colombosäure, liessen es wünschenswert erscheinen, weitere Klärung der Verhältnisse herbeizuführen, wesshalb ich auf Veranlassung meines hochverehrten Lehrers, des Herrn Professor Dr. Hilger, Versuche unternahm, dazu bestimmt, die Darstellung des Columbins zweckmässiger zu gestalten und die chemische Charakteristik der Colembowurzelbestandteile zu fördern.

Um einen geeigneten Gang zur Untersuchung und Trennung der Bestandteile der Wurzel aufzufinden, wurden verschiedene Vorversuche unternommen.

Anstatt die Wurzel direkt mit Alcohol zu extrahiren, wie es früher immer geschehen war, wurde jetzt zuerst ein Versuch mit Petroläther gemacht. Die zerschnittene Wurzel wurde zu einem groben Pulver gemahlen und in einem Drexel'schen Extractionsapparat mehrere Tage mit Petroläther extrahirt. Der farblose Auszug wurde vom Aether befreit, und blieb eine fettige Masse zurück, in welcher sich kleine weisse Krystalle befanden. Das Fett wurde in Aceton aufgenommen und durch wiederholtes Umkrystallisiren gereinigt. Der Schmelzpunkt lag bei 110 °. Durch diesen für Fett hohen Schmelzpunkt veranlasst, wurde die Cholesterinreaction mit Chloroform und Schwefelsäure vorge-

nommen. Etwas von dem Körper in Chloroform gelöst, mit gleichen Volumen concentr. Schwefelsäure versetzt, nahm das Erstere eine rote Farbe an, während die Schwefelsäure fluorescirte. Kleine weisse Nadeln, die beim Reinigen des Körpers auskrystallisirten, zeigten stark bitteren Geschmack. Es war Columbin, doch war die Ausbeute eine sehr schlechte.

Die durch Petroläther extrahirte Wurzel wurde nun mit 90 % Alcohol übergossen und auf dieselbe Weise einige Tage extrahirt. Sofort beim Uebergiessen nahm derselbe eine braungelbe Farbe an, während der Petrolätherauszug farblos geblieben war. Der alcoholische Auszug wurde vom Alcohol durch Destillation befreit und schieden sich bei der Concentration kleine gelbe Krystalle aus. Dieselben lösten sich in Kalilauge mit tiefroter Farbe. Im Reagircylinder mit concentr. Salzsäure versetzt und einen Tropfen Chlorwasser zugegeben, entstand eine rote Zone, eine sehr scharfe charakteristische Reaction auf Berberin. Die tiefrote Farbe der Kalilösung konnte aber nicht von Berberin herrühren, da sich Berberin mit hellgelber Farbe in Kalilauge löst. Es musste vielmehr angenommen werden, dass das Berberin von einem Körper begleitet wurde, der die rote Färbung veranlasste. Wie die spätere Untersuchung zeigte, kommt diese Eigenschaft der Colombosäure zu und ist daher die Behauptung berechtigt, dass die Colombosäure in der Wurzel an Berberin gebunden ist. Der Schmelzpunkt der gelben Krystalle lag bei 170 °, während reines Berberin bei 120 ° schmilzt.

Der durch Destillation und Eindampfen concentrirte Auszug wurde behufs weiterer Untersuchung mit neutralem Bleiacetat versetzt. Es entstand ein Niederschlag, welcher die Säure enthalten konnte, vielleicht aber auch Columbin und Berberin mit einschloss. Der braungelbe Niederschlag wurde auf einem Filter gesammelt und mit Wasser ausgewaschen. In Wasser verteilt, wurde er durch Schwefelwasserstoff zerlegt. Die an Blei gebunden gewesene Säure setzte sich mit dem Pb S zu Boden, da die Säure in Wasser unlöslich ist. Das Wasser wurde vom Niederschlag abgegossen und dieser mit Alcohol ausgekocht. Es entstand eine braune Lösung, die eingedampft mit Kalilauge aufgenommen wurde. Diese alcal. Lösung wurde mit verdünnter Salzsäure bis zur sauren Reaction versetzt, und schied sich die Colombosäure

als gelber voluminös sich absetzender Niederschlag aus. Die Säure wurde gesammelt und durch nochmaliges Auflösen in K (OH) und Ausfüllen mit Salzsäure gereinigt. Getrocknet, war sie ein gelbes, amorphes Pulver von wenig bitterem Geschmack und saurer Reaction.

Das Filtrat von dem eben behandelten neutralen Bleiniederschlag wurde jetzt mit basischem Bleiacetat versetzt. Es entstand ein voluminöser gelber Niederschlag, der sich schlecht absetzte und sehr schwer abfiltriren liess. Es konnte mit basischem Bleiacetat also keine Gewinnung resp. Trennung von Columbin und Berberin herbeigeführt werden. Der Niederschlag wurde mit H_2 S zerlegt, und zog das Pb S alles mit nieder, so dass die Flüssigkeit sich klärte.

Der Niederschlag wurde gesammelt und mit Alcohol ausgekocht. Der Alkohol abdestillirt und der Rückstand, der Berberin und Columbin enthalten musste, mit Aether im Rückflusskühler ausgekocht. Beim Erkalten des Aethers schieden sich Columbinkrystalle aus, es war kein Berberin mit in Lösung gegangen. Die Krystalle wurden durch Umkrystallisiren aus siedendem Alcohol gereinigt. Der mit Aether ausgekochte Rückstand wurde mit Alcohol aufgenommen und mit Aether versetzt. Das Berberin, vollständig unlöslich in Aether, setzte sich in kleinen Krystallen ab, welche gesammelt und getrocknet wurden. Es ist ein gelbes, seine Lösungen stark färbendes krystallinisches Pulver, welches in Alcohol und Wasser leicht löslich ist. Die Ausbeuten, die auf diese Weise erzielt wurden, waren für die Colombosäure zufriedenstellend, weniger aber für das Columbin.

Die Löslichkeitsversuche, die mit dem dargestellten Columbin vorgenommen wurden, ergaben, dass sich Columbin in Wasser, kaltem Alcohol und Aether fast gar nicht löst, besser in siedendem Aether, am leichtesten in siedendem Alcohol. Benutzt man Alcohol als Extractionsmittel, so löst sich das leicht lösliche Berberin mit auf und kann man es schlecht davon befreien.

Zu einem neuen Versuche wurde daher siedender Aether als Extractionsmittel für die Colombowurzel genommen.

Eine grössere Quantität auf die oben angegebene Art zerkleinerte Wurzel wurde mehrere Tage mit siedendem Aether

extrahirt. Beim Erkalten des farblosen Aethers schied sich ein Krystallpulver ab, welches aus fast reinem, nur mit etwas Fett behafteten Columbin bestand.

Die Ausscheidung wurde gesammelt und der Aether der Verdunstung überlassen. Nur wenig Columbin liess der Aether zurück, fast alles hatte sich beim Erkalten ausgeschieden, ein Beweis für die Unlöslichkeit des Columbins in kaltem Aether. Der Verdunstungsrückstand enthielt wieder das schon oben erwähnte Fett mit Cholesterin.

Das gesammelte Columbin konnte, da es auf diese Weise vollständig frei von Berberin war, aus Alcohol, seinem besten Lösungsmittel, umkrystallisirt werden. Es wurde auf dem Filter durch Waschen mit Alcohol vom Fett befreit und aus heissem Alcohol umkrystallisirt. Beim Erkalten des Alcohols krystallisirte es in schönen weissen Nadeln aus.

Die durch Aether extrahirte Wurzel wurde auf dieselbe Weise mit siedendem Alcohol (90 %) extrahirt. Um die Colombosäure zu gewinnen hätte man wieder die Bleiverbindung herstellen können, da dieselbe eine gute Ausbeute geliefert hatte, es wurde aber der schon von Boedecker[1]) angegebene Weg eingeschlagen und der vom Alcohol durch Destillation und Eindampfen zur Trockene befreite Auszug mit Kalkwasser ausgekocht.

Die braunrote Lösung wurde nach dem Erkalten mit Salzsäure versetzt, und fiel die Colombosäure als gelber voluminöser Niederschlag aus, der mit Wasser so lange ausgekocht wurde, bis die gelbe Farbe von Berberin verschwunden und das Waschwasser die oben angeführte Berberinreaction nicht mehr zeigte. Getrocknet, wurde die Säure mit Aether gekocht, um noch vorhandenes Columbin zu entfernen. In Kalilauge gelöst und mit Salzsäure wieder ausgefällt, um sie rein zu erhalten; da es nicht möglich war, die Säure zum Krystallisiren zu bringen, wurde sie bei 100° getrocknet.

Die von dem Colombosäureniederschlage abfiltrirte Flüssigkeit enthielt alles Berberin, welches als salzsaures Berberin aus der concentrirten Lösung auskrystallisirte, und auch dadurch gewonnen wurde, dass die Lösung zur Trockene gebracht und der Rückstand

[1]) Ann. d. Chem. u. Pharm.

entweder mit Chloroform aufgenommen wurde, welches beim Verdunsten das Columbin zurücklässt, oder mit Alcohol aufgelöst und mit Aether das Berberin ausgefällt wurde.

Nach dieser letzten Methode wurde von der Firma „Gehe & Comp.“, Dresden, genau nach Angabe eine grössere Quantität Colombowurzel zuerst mit siedendem Aether ausgezogen. Das beim Erkalten des Aethers sich ausscheidende Product gesammelt, und der Aether vom Extract abdestillirt. Darauf wurde die Wurzel mit siedendem 90 % Alcohol ausgezogen und der Auszug bis zur Syrupsconsistenz vom Alcohol befreit.

Der vom Aether befreite Auszug enthielt nur Fett und Spuren von Columbin und wurde nicht weiter berücksichtigt. Die gesammelte Ausscheidung bestand aus fettigen grau gefärbten Columbin-Krystallen. Sie wurden in siedendem Alcohol gelöst und dann der Krystallisation überlassen. Fast vollständig krystallisirte das Columbin in schönen Nadeln aus, die durch nochmaliges Umkrystallisiren gereinigt wurden. Mehrere Versuche ergaben den Schmelzpunkt des reinen Columbins bei 182°. Derselbe stimmt mit dem von Paternò und Oglialoro angegebenen vollständig überein.

Der alkoholische Auszug wurde auf dem Wasserbade zur Trockene gebracht und mit Kalkwasser ausgekocht. Die vom Rückstande abgegossene Kalklösung wurde mit verdünnter Salzsäure übersättigt und fiel die Colombosäure voluminös aus. Die Abscheidung wurde, da ein Filtriren der Flüssigkeit sich nicht vornehmen liess, in hohen Cylindern vorgenommen. Sobald die Säure sich genügend abgesetzt hatte, wurde die überstehende Flüssigkeit, die das an Salzsäure gebundene Berberin enthielt, abgehoben und der Säure-Niederschlag mit warmem Wasser versetzt. Das Auswaschen auf diese Weise wurde mehrere Male vorgenommen und dann erst der Niederschlag auf einem Filter gesammelt und so lange mit warmem Wasser gewaschen, bis das Waschwasser die angeführte Berberinreaction nicht mehr zeigte. Die gelbe Säure wurde getrocknet, mit Aether ausgekocht, um noch vorhandenes Columbin zu entfernen. In verdünnter Kalilauge aufgenommen, wurde sie durch Salzsäure wieder gefällt, ausgewaschen und im Exsiccator getrocknet.

Die Säure nimmt an der Luft und beim öfteren Lösen und Ausfällen eine dunklere Farbe an. Bei 100° getrocknete Säure ist von rotbrauner Farbe.

Columbin.

Das auf die oben angeführte Weise gereinigte Columbin besteht aus weissen Krystallnadeln und schmilzt bei 182° zu einer braunen Masse. In kaltem und heissem Wasser ist es unlöslich, ebenso in kaltem Aether und Alcohol, besser in siedendem Aether, am leichtesten löslich in heissem Alcohol oder Chloroform. Aus seiner alcoholischen Lösung wird es durch Bleiacetat nicht gefällt. Es zeigt vollkommen neutrale Reaction. Das Columbin wurde in einer Trockenente bei 100° im Wasserstoffstrom getrocknet. Die Krystalle blieben unverändert, und verlor das Columbin nur $0{,}3$ % von seinem Gewicht.

Die Elementarannalyse gab folgende Resultate:

I.	II.	III.
64 . 20 % C	64 . 50 % C	64 . 53 % C
6 . 30 % H	6 . 20 % H	6 . 15 % H

das Mittel

64 . 50 % C
6 . 22 % H
29 . 87 % O

diesem entspricht eine empirische Zusammensetzung von

$5{,}37$ C $6{,}22$ H $1{,}82$ O.

Nimmt man nun das Vierfache dieser Grössen, so entsteht für Columbin die Formel $C_{21}\ H_{24}\ O_7$.

Diese Formel weist 2 H Atome mehr auf, wie die von Boedecker für Columbin ($C_{21}\ H_{22}\ O_7$) angegebene.

Da vom Columbin nicht bekannt war, zu welcher Klasse von Körpern man es rechnen könnte, wurde zunächst untersucht, wie es sich gegen Reactionen auf Glycoside verhielte und als solches sich in Zucker und einen andern Körper spalten lasse. Das Columbin verhielt sich gegen Fehling'sche Lösung vollständig indifferent. Durch verdünnte Säuren wurde es wohl gespalten, doch liess sich in der Lösung kein Zucker nachweisen.

Acetylirung.

Um zu erfahren, ob und wie viel OH Gruppen das Columbin enthielte, wurde eine Acetylirung vorgenommen. Zu diesem Zwecke wurden $3_{,0}$ Columbin mit Essigsäureanhydrid und etwas wasserfreiem Natr. acetat. am Rückflusskühler längere Zeit erhitzt, es erfolgte klare Lösung. Diese Lösung wurde in kaltes Wasser gegossen, und schied sich das Product zuerst als schmierige, sich zusammenballende Masse aus, die sich durch Umrühren in ein braunes Pulver verwandelte. Dieses wurde gesammelt, gewaschen und bei 100° getrocknet.

$0_{,1254}$ von diesem acetyl. Product wurden mit 20 ccm $^1/_{10}$ N Kalilauge auf dem Wasserbade erwärmt. Beim Titriren mit $^1/_{10}$ N Oxalsäure wurden $13_{,2}$ cc verbraucht, also waren $6_{,8}$ ccm der $^1/_{10}$ N K(OH) an Essigsäure gebunden.

$1_{,0}$ Substans würden also $54_{,2}$ $^1/_{10}$ N K(OH) entsprechen, welches auf den Acetylrest berechnet $0_{,22764}$ ausmacht.

Multiplicirt man das Molekulargewicht des Columbins mit der gefundenen Zahl ($388 \times 0_{,22764}$), so erhält man $88_{,32}$. Angenommen, es wären 2 (OH) im Columbin enthalten, so würden dieselben als Acetylverbindung das Molekulargewicht 472 beanspruchen, während durch die Titration das Molekulargewicht $388 + 88_{,32} = 476_{,32}$ gefunden wurde.

Zwei Elementaranalysen des Acetylproductes ergaben fast keinen Unterschied in der Zusammensetzung des acetylirten Körpers mit dem Columbin.

Es wurde gefunden:

I. 64.12 % C	II. 64.20 % C
6.44 % H	6.60 % C

Es war anzunehmen, dass das Columbin beim Acetyliren sich zersetzte und eine Säure bildete und dadurch mehr N K(OH) beim Titriren gebunden wurde.

Wie im Folgenden noch geschildert werden wird, ist das Columbin durch verdünnte Säure leicht zersetzbar zu einer Säure.

Einwirkung von Kaliumhydroxyd auf Columbin.

$4_{,0}$ Columbin wurden mit der 10fachen Menge Kaliumhydroxyd im Silbertiegel geschmolzen. Es wurde während des vorsichtig

vorgenommenen Schmelzens von Zeit zu Zeit Proben dem Tiegel entnommen, die mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit Aether ausgeschüttelt wurden. Diese Ausschüttelungen wurden mit Wasser aufgenommen und der Reaction mit Eisenchlorid unterworfen, um zu sehen, ob durch eine Farbenreaction die Anwesenheit eines Phenols resp. eines Benzolderivates erwiesen werden könnte. Die ersten Ausschüttelungen zeigten mit Eisenchlorid keine Reaction. Eine spätere färbte sich auf Zusatz weniger Tropfen Eisenchlorid rosa, eine Färbung, durch die auf einen Phenolkörper zu schliessen wäre. Die folgenden Ausschüttelungen zeichneten sich durch ihren scharfen Geruch aus. Die Schmelze wurde mit verdünnter Schwefelsäure übersättigt und der Destillation unterworfen. Die in der Vorlage aufgefangene saure Lösung wurde neutralisirt und eingedampft. Der Rückstand wurde in mehrere Teile geteilt und der Prüfung auf Säuren unterworfen. Ein Teil in etwas Wasser gelöst und mit ammoniakalischer Silberlösung gekocht, reducirte diese. Diese Reaction liess auf Ameisensäure schliessen. Ein anderer Teil wurde getrocknet im Reagircylinder mit etwas arsenige Säure erhitzt, sofort trat der penetrante Geruch nach Kacodyl auf. Es lag also Essigsäure vor. Ein Teil des Rückstandes wurde mit etwas Alcohol aufgenommen und mit gleichen Volumen concentr. Schwefelsäure versetzt. Es entstand der angenehm nach Annanas riechende Ester der Buttersäure.

Einwirkung von Mineralsäuren.

Das Columbin wurde mit 15 % Salzsäure am Rückflusskühler gekocht. Nach kurzer Zeit wurde es von der Säure angegriffen und bildete sich ein braun gefärbter Körper, der sich beim Kochen absetzte, während die überstehende Flüssigkeit prachtvoll fluorescirte.

Es wurde unter denselben Bedingungen der Versuch mit 3 % Salzsäure gemacht. Auch diese verdünnte Säure zersetzte das Columbin zu einem braunen Körper, während die Salzsäure die Fluorescenz annahm.

Mit verdünnter Salpetersäure gekocht löste sich das Columbin vollständig auf und färbte die Lösung stark gelb.

Einwirkung von Kalilauge.

Mit verdünnter K(OH) längere Zeit gekocht, spaltet sich das Columbin ähnlich wie bei den Säuren.

Es erfolgt vollständige Lösung des Columbins, und färbt sich diese tiefrot.

Der Spaltungskörper bleibt in der Kalilauge gelöst. Durch dieses Verhalten wurde bewiesen, dass der entstandene Spaltungskörper entschieden einen Säurecharakter besitze.

Schon Paternò und Oglialoro sagen bei ihren Untersuchungen über Columbin und Limonin, dass beim Columbin durch Kochen mit Kalilauge eine Säure entstehe.

Verhalten und Zusammensetzung des durch Salzsäure entstandenen Spaltungskörpers des Columbins.

Um das Zersetzungsproduct zu erhalten und zu untersuchen, wurden 10,0 Columbin mit 15 % Salzsäure am Rückflusskühler mehrere Stunden gekocht. Das ausgeschiedene braune Pulver gesammelt und so lange gewaschen, bis keine Salzsäure mehr nachgewiesen werden konnte. Es wurde getrocknet und zeigte sich unter dem Mikroscop als braun-gelbes amorphes Pulver.

Zum Unterschied vom Columbin war es unlöslich in Aether, auch in Wasser, kaltem Alcohol fast unlöslich, leicht löslich in heissem Alcohol, Aceton oder Chloroform.

Um den Körper möglichst rein zu erhalten und von nicht zersetztem Columbin zu trennen, wurde er in verdünnter Kalilauge gelöst, filtrirt und mit verdünnter Salzsäure wieder ausgefällt. Er setzte sich als voluminöser gelber Niederschlag ab, der auf dem Filter gewaschen und bei 100° getrocknet wurde. Er war von schwach bitterem Geschmack und zeigte sauere Reaction.

Der bei 100° getrocknete Körper wurde der Elementaranalyse unterworfen.

I. $0{,}1560 = 0{,}3680\ CO_2 = 64.32\ \%\ C$
$= 0{,}0805\ H_2O = 6.30\ \%\ H$

II. $0{,}1930 = 0{,}4452\ CO_2 = 64.42\ \%\ C$
$= 0{,}1158\ H_2O = 6.60\ \%\ H$

das Mittel davon
64.27 % C
6.45 % H
29.18 % O

Um zu erfahren, ob der Körper im Stande sei, beständige Salze zu bilden, wurden, da der Körper im Wasser unlöslich war, Versuche mit alcoholischen Lösungen gemacht.

Kalt gesättigte Lösungen des Körpers in Alcohol wurden mit alcoholischen Lösungen von Silbernitrat, Baryumacetat und Bleiacetat versetzt.

Nach einiger Zeit setzten diese Lösungen braune Niederschläge ab, die auf Filtern gesammelt, zuerst mit Alcohol, dann mit Wasser gewaschen und bei 100° getrocknet wurden.

Dieselben zeigten folgende Resultate.

I. Silbersalz:

$0{,}160$ angewandtes Silbersalz $= 0{,}034$ Ag $= 21 . 25$ % Ag., es entsprechen dann 100 Teilen Säure 26 . 98 Teile Ag.

Die Zusammensetzung wäre dann nach obiger Elementaranalyse

64 . 27 % C
6 . 45 % H
29 . 18 % O
26 . 98 Ag.

Die empirische Zusammensetzung in Folge dessen

5 . 36 C
6 . 46 H
1 . 82 O
0 . 24 Ag.

II. Baryumsalz:

2 ausgeführte Analysen ergaben

I. 15 . 35 % Ba. II. 15 . 74 % Ba.

das Mittel 15 . 54 % Ba.

100 Teilen Säure würden entsprechen 18 . 28 % Ba.

Die Zusammensetzung wäre also

64 . 27 C
6 . 45 H
29 . 18 O
18 . 28 Ba.

die empirische

5 . 36 C
6 . 46 H
1 . 82 O
0 . 134 Ba.

Diese Formeln mit 4 multiplicirt, um sie auf die Molekulargrösse zu bringen, geben für Silber $C_{21}\ H_{24}\ O_7\ Ag$. 0,96

für Baryum $C_{21}\ H_{24}\ O_7\ Ba$. 0,536,

also auf diese Formel berechnet, würde nur die Hälfte Baryt gefunden.

Verdoppelt man also beim Baryumsalz das Molekül und nimmt die Säure als einbasisch an, so ergiebt sich für

		berechnet	gefunden
$C_{21}\ H_{23}\ O_7\ Ag.$		21 . 62 %	21 . 25 %
für $C_{21}\ H_{23}\ O_7$ / $C_{21}\ H_{23}\ O_7$	Ba.	15 . 02 %	15 . 54 %

Die Analysen von 2 Bleisalzen zeigten keine normale Zusammensetzung, es mussten basische Salze entstanden sein.

I. $0{,}1276 = 0{,}0361$ Pb = 28 . 29 %

II. $0{,}1156 = 0{,}0335$ Pb = 28 . 59 %,

berechnet man aus diesen Werten ein basisches Salz, so findet man bei einer Zusammensetzung von 4 Molekülen Säure mit 3 Molekülen PbO ein Salz, welches $28{,}05$ Pb enthält, also mit den gefundenen Werten ziemlich übereinstimmt. Das von Boedecker angegebene basische Bleisalz der Colombosäure hat dieselbe Zusammensetzung.

Der Kalischmelze unterworfen und unter denselben Bedingungen verfahren, zeigte die Säure dieselben Resultate, wie es beim Columbin, seinem Entstehungsprodukt, angegeben wurde.

Einwirkung von Oxydationsmittel auf diese Säure.

5,0 dieser Säure wurden mit 25,0 Kal. bichromic gemischt, und 40,0 Wasser zugegeben. Dieses Gemisch wurde in einer Retorte mit 20,0 concentrirter Schwefelsäure versetzt. Es trat eine heftige Reaction unter Entwickelung nach Fett riechender weisser Dämpfe ein. Das ganze Gemisch wurde mit Aether ausgeschüttelt, doch hinterliess der Aether fast gar keinen Rückstand.

Reduction mit Zinkstaub.

Zum Zweck der Reduction wurde die Säure mit Zinkstaub gemischt und in ein Rohr gegeben. Als Vorlage diente eine Pelicot'sche Röhre und an diese schloss sich ein Cylinder an, mit Wasser gefüllt, zum Auffangen von Gasen. Beim Erhitzen setzte der Körper sich an die obere Glaswand, verbrannte und ging als

brauner Dampf in die Vorlage, während sich im Cylinder ein farbloses Gas sammelte. Die Dämpfe verdichteten sich zu einer stark riechenden Flüssigkeit. Mit Aether ausgeschüttelt, zeigte der Verdunstungsrückstand denselben penetranten Geruch, ohne eine andere Reaction zu geben. Das im Cylinder aufgefangene Gas verbrannte mit farbloser, nicht leuchtender Flamme.

In conc. Salpetersäure löste sich die Säure zu einer gelben Flüssigkeit, die eingedampft und mit Wasser aufgenommen wurde. Diese gelbe wässerige Lösung gab beim Erhitzen mit Kal. cyanatlös. eine rote Färbung, ebenso mit Natronlauge und Dextroselösung. Beide Reactionen bewiesen, dass sich Pikrinsäure gebildet hatte.

Weitere Reactionen des Columbins.

Es wurde 0,5 Columbin mit etwas Wasser in eine Röhre eingeschlossen und diese mehrere Tage auf 100° erwärmt. Die Krystalle blieben unverändert.

2,0 Columbin wurde mit 20,0 Bromwasserstoffsäure in ein Rohr eingeschlossen und mehrere Tage erhitzt. Es entstand ein brauner Körper, der getrocknet bei 100° und dann über Natronkalk verbrannt wurde, um zu sehen, wie viel Brom aufgenommen würde. Die Analyse ergab, dass auf 1,0 = 0,1121 Brom gekommen war. Dieser bromirte Körper löste sich in Kalilauge und wurde durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure als voluminöser Niederschlag wieder ausgefüllt. Auch hier lag kein bromirtes Columbin mehr vor, sondern die Bromwasserstoffsäure hatte es in die oben beschriebene Säure gespalten.

Auf dieselbe Weise wurde das Columbin mit Jodwasserstoffsäure behandelt. Auch hier trat eine Spaltung des Columbins ein und bildete sich neben ausgeschiedenem Jod die Säure, die in Kalilauge gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure ausgefüllt wurde.

Colombosäure.

Die Colombosäure ist ein gelbes, beim Aufbewahren dunkeler werdendes amorphes Pulver von dem der Colombowurzel eigentümlichen Geruch. In Wasser und Aether fast unlöslich, löst sie sich besser in Alcohol. In verdünnten Alkalien löst sie sich

mit braunroter Farbe auf und wird durch verdünnte Säuren als gelbes Pulver wieder ausgeschieden.

Sie kommt in der Colombowurzel an Berberin gebunden vor.

Eine Lösung der Säure in verdünnten Alkalien giebt mit den Metallsalzlösungen Fällungen von colombosauren Salzen, die von ausgeschiedener Säure begleitet sind, da sie in wässeriger Lösung ausfällt.

Mit ammoniakalischer Silberlösung gekocht, reducirt sie diese, und es entsteht ein Silberspiegel, eine Reaction, die bei dem Zersetzungsproduct des Columbins auch eintrat.

Boedecker sagt, dass die bei 115° getrocknete Säure 1 Molek. H_2O weniger habe, wie die lufttrockene Säure. Die zur Elementaranalyse bestimmte Säure wurde mehrere Wochen im luftverdünnten Exsiccator getrocknet und dann eine bestimmte Menge in einer Trockenente 5 Stunden lang bei 100° im Luftstrom erhitzt. Die Säure verlor 0,1 % an Gewicht. Wieder in eine Trockenente gegeben und im Luftstrom auf 130° erhitzt, verlor sie 4,5 % an Gewicht.

Diese getrocknete Säure der Elementaranalyse unterworfen, zeigte

I.	0,4264 = 1,0576 CO_2	67 . 82 %	C
	0,2342 H_2O	6 . 10 %	H
II.	0,5774 = 1,4310 CO_2	67 . 77 %	C
	= 0,3108 H_2O	5 . 97 %	H

Das Mittel aus diesen

67 . 79 % C
6 . 03 % H
26 . 18 % O.

Um die Salze der Säure darzustellen, wurden wieder einige alcoholische Lösungen hergestellt. Zu diesen alcohol. Lösungen von Argent nitric. Bar. acetic und Plumb. acet. gesetzt und die Flüssigkeiten einige Zeit stehen und absetzen lassen. Die braunen Ausscheidungen, die, unter das Mikroscop gebracht, keine krystallinische Structur zeigten, wurden mit Alcohol und Wasser gewaschen und bei 100° getrocknet.

I. Silbersalz:

1.	2.
0,0500 Silbersalz	0,0480 Silbersalz
= 0,0134 AgCl	= 0,0140 AgCl
= 21 . 70 % Ag.	= 21 . 90 % Ag.

Mittel 21 . 80 % Ag.

In 100 Teilen Silbersalz sind 21 . 80 Ag, es entsprechen also 100 Teilen Säure 27 . 89 Ag.

II. Baryumsalz:

1. $0{,}562$ Baryumsalz = $0{,}0140$ Ba SO_4 = 14 . 64 % Ba
2. $0{,}0410$ Baryumsalz = $0{,}0102$ Ba SO_4 = 14 . 63 % Ba,

das Mittel 14 . 63 % Ba.

Es entsprechen also 100 Teilen Säure 17 . 37 Ba.

Aus der Elementaranalyse ergiebt sich

1.		2.	
C	5 . 64	C	5 . 64
H	6 . 03	H	6 . 03
O	1 . 63	O	1 . 63

für Ag = $0{,}258$ für Ba = Ba $0{,}126$.

Multiplicirt man diese Werte mit 4, um die Molekulargrösse zu erhalten, so entsteht die Formel

1. für's Silbersalz $C_{22}\ H_{24}\ O_7\ Ag\ 1{,}042$
2. für's Baryumsalz $C_{21}\ H_{24}\ O_7\ Ba\ 0{,}504$.

Nimmt man die Säure als einbasische an, so wäre die Molekulargrösse $C_{21}\ H_{22}\ O_6$. Da die bei 130° getrocknete Säure 4,5 % H_2O verloren hat, welche Zahl beinahe einem Molekül H_2O auf obige Formel entspricht, so ist hier bei den bei 100° getrockneten Salzen die Säure $C_{21}\ H_{22}\ O_6 + H_2O$, also $C_{21}\ H_{24}\ O_7$ in Betracht zu ziehen.

Berechnet man den Wert der Salze, so ergiebt sich für

		berechnet	gefunden
1.	$C_{21}\ H_{23}\ O_7\ Ag$	21 . 70 % Ag	21 . 80 % Ag
2. für	$C_{21}\ H_{23}\ O_7$ / $C_{21}\ H_{23}\ O_7$ } Ba	15 . 03 % Ba	14 . 63 % Ba

Die Bleisalze, die sich bei der Darstellung am besten absetzten, zeigten keine normale Zusammensetzung.

Es waren auch hier basische Verbindungen entstanden

1. $0{,}2618$ colombos. Blei = $0{,}0860$ Pb = 32 . 84 % Pb,
2. $0{,}2970$ colombos. Blei = $0{,}0977$ Pb = 32 . 89 % Pb,

sucht man diese Werte mit der Molekularformel in Einklang zu bringen, so zeigt die Zusammensetzung eines basischen Salzes von der Formel $C_{21}\ H_{23}\ O_7\ Pb$ / $C_{21}\ H_{23}\ O_7\ Pb$ } O + 2 H_2O,

auf Pb berechnet 33 . 28 %, welches mit den gefundenen Werten ziemlich übereinstimmt.

Das von Boedecker dargestellte basische Bleisalz hat die Zusammensetzung $(C_{21}\ H_{22}\ O_6)_4\ 3\ PbO + 5\ H_2O$.

Einwirkung von Kaliumhydroxid.

Um weiteren Aufschluss über die Beschaffenheit der Colombosäure zu erhalten, wurde sie der Kalischmelze unterzogen. Da die Ausbeute ziemlich reichhaltig gewesen, so wurden gleich 1% in der schon angegebenen Weise im Silbertigel geschmolzen. Die ersten Aetherausschüttelungen zeigten keinen Rückstand, nur der Fettgeruch trat stärker auf. Eine dritte Ausschüttelung zeigte beim Verdunsten einen braunen Rückstand, der erst nach Fett, dann aber stark nach Vanillin roch. Eine Probe im Wasser aufnommen, gab mit Eisenchlorid eine grüne Färbung.

Eine der Kalischmelze später entnommene Probe zeigte nach Verdunsten des Aethers keinen Vanillingeruch mehr, gab aber in Wasser aufgenommen mit Eisenchlorid eine tiefgrüne Färbung, die mit etwas verdünnter Sodalösung in Rot überging, eine Reaction, die sicher auf die Anwesenheit von Protocatechusäure schliessen liess.

Die Schmelze noch weiter erhitzt und mit Schwefelsäure angesäuert der Destillation unterworfen, ergab dasselbe Resultat, wie schon beim Columbin angegeben wurden. Es wurden als letzte Oxydationsproducte Ameisensäure, Essigsäure, Buttersäure nachgewiesen.

Oxydation mit Kal. bichromat.

Unter denselben Verhältnissen wurde die Säure mit Kal. bichromat und Schwefelsäure versetzt. Am Rückflusskühler erwärmt, wurden die bei der Reaction auftretenden weissen Dämpfe wieder verdichtet. Nach einiger Zeit wurde das Gemisch ziemlich neutralisirt und dann mit Aether ausgeschüttelt. Nach dem Ausschütteln wurde wieder mit Schwefelsäure angesäuert und destillirt. Das Destillationsproduct hatte einen sehr aromatischen Geruch, es wurde neutralisirt und zur Trockene eingedampft, der Rückstand etwas angesäuert und mit Aether ausgeschüttelt. Der farblose Verdunstungsrückstand entwickelte zuerst den scharfen Geruch nach Essigsäure und dann den aromatischen nach Benzoesäure.

Die erste stark braungefärbte Aetherausschüttelung des Oxydationsgemisches ergab nach dem Verdunsten des Aethers einen fettigen, braunen, in Wasser unlöslichen Rückstand, der mit Sodalösung erwärmt, vollständig in Lösung ging. Die braune Lösung mit verdünnter Schwefelsäure versetzt, ergab eine flockige Ausscheidung einer Säure, wahrscheinlich der Fettsäurereihe.

Dieselbe wurde gesammelt und in heissen Alcohol gelöst. Beim Erkalten setzte sie sich in weissgraue Flocken ab. Der Schmelzpunkt, der von der von Alcohol und Wasser freien Säure gemacht wurde, lag bei 68°. Die alcohol. Lösung wurde mit alcohol. Baryumacetatlösung versetzt, um zu versuchen, ob die Bestimmung eines Salzes möglich wäre.

Das bei 100° getrocknete Baryumsalz wurde analysirt

$0{,}0676 = 0{,}0160$ Ba SO_4
$= 0{,}00955$ Ba
$= 14 . 12$ % Ba.

Eine Verbrennung ergab 68 . 96 % C
10 . 24 % H
also 20 . 80 % O.

Die empirische Zusammensetzung wäre dann

C 5 . 75
H 10 . 24
O 1 . 3
dazu Ba $0{,}107$.

Diese Zahlen auf die vierfache Molekulargrösse gebracht, gaben die Formel C_{23} H_{40} O_5 Ba $0{,}428$.

Nimmt man diese Säure als eine einbasische an und berechnet den Wert, so erhält man 14 . 73 % Ba, während 14 . 12 % Ba gefunden wurden.

Oxydation mit conc. Salpetersäure.

Mit cons. Salpetersäure auf dem Wasserbade erhitzt, löst sich die Säure zu einer klaren tiefgelben Flüssigkeit. Diese Lösung wurde eingedampft und mit Wasser aufgenommen und nochmals eingedampft. Beim Erkalten setzte sich oben eine feste, sich fettig anfühlende Schicht ab. Diese wurde entfernt und die wässerige Lösung mit Kal. cyanatlösung gekocht, sie färbte sich stark rot, es war Pikrinsäure entstanden. Die abgenommene Fett-

schicht wurde gewaschen und auf dem Wasserbade geschmolzen. Mehrere Schmelzpunktsbestimmungen zeigten 68,5°.

Die geschmolzene Masse wurde in Kalilauge gelöst, mit Salzsäure ausgefüllt, gesammelt und mit heissem Wasser gewaschen, und in Alcohol aufgenommen. Aus dem Alcohol setzte sie sich wieder ab und hatte dasselbe Aussehen, wie die durch Kal. bichrom. - Oxydation entstandene Säure. Auch stimmten die Schmelzpunkte zusammen.

Spaltung mit alcohol. Kalilauge.

Colombosäure wurde in alcohol. Kalilauge gelöst und dann mit einem Ueberschuss der Lauge mehrere Stunden am Rückflusskühler gekocht. Nach dem Erkalten wurde die Lösung mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit Aether ausgeschüttelt. Sobald der Aether verdunstet war, nahm der Rückstand den charakteristischen Geruch nach Vanillin an.

1,0 Colombosäure wurde in einen Porcellantiegel gegeben und mit einem Uhrglas bedeckt, in ein Sandbad gestellt und mehrere Stunden erwärmt. Es entwickelten sich braune Dämpfe von unangenehmen Geruch, die sich als braune Tropfen an das Uhrglas setzten, während der schwarze Rückstand im Tiegel den Vanillingeruch angenommen hatte.

Mit Zinkstaub im Rohr erhitzt, entwickelten sich Dämpfe von scharfem, widerlichem Geruch, wie sie sich bei der Reduction des Columbins auch gezeigt hatten.

Ein Versuch, die Säure zu acetyliren, misslang, da das in Wasser gegebene Acetyl-Product sich zum Teil löste, zum Teil beim Trockenen zu einer schmierigen Masse zerfiel.

Nachweis von (O CH_3) Gruppen.

Um Gewissheit zu erlangen, ob die Colombosäure die Gruppe O CH_3 enthalte, wurde dieselbe nach der von Zeisel[1]) angegebenen Metode in folgender Weise untersucht.

0,2500 der getrockneten Säure wurden mit 10,0 Jodwasserstoffsäure in einem Kölbchen bis zum Sieden erhitzt. Das Kölbchen war verbunden mit einem Liebig'schen Kühler, dessen Wasser auf eine Temperatur von 40 –50° gehalten wurde. Mit diesem

[1]) Monatshefte f. Ch. 85. VI. 989.

Rückflusskühler war ein Kaliapparat verbunden, in dessen 3 Kugeln in Wasser suspendirter amorpher Phosphor enthalten war. Vor dem Kaliapparat waren 2 durch Röhren verbundene Kölbchen vorgelegt, die eine mit Alcohol bereitete Silbernitratlösung enthielten. Durch den ganzen Apparat wurde während der Operation ein mässiger Kohlensäurestrom geleitet. Nach zweistündigem Sieden wurde die Vorlage abgenommen und das entstandene Jodsilber gesammelt, gewaschen und gewogen.

$0{,}_{2500}$ Colombosäure gaben $0{,}_{140}$ Ag J.

100 Teilen Ag J entsprechen 13 . 2066 [O(CH_3)] nach Zeisel, also $O_{,140}$ Ag J = $0{,}_{01848}$ (O CH_3).

Bei Annahme einer O CH_3 Gruppe im Molekül ergiebt sich durch Berechnung 7 . 98 % an (O CH_3), während aus obigen Zahlen gefunden wurde 7 . 35 %. Man kann mithin im Molekül der Colombosäure eine O CH_3 Gruppe annehmen.

Die in vorliegender Arbeit niedergelegten Resultate berechtigen, folgende Thatsachen festzustellen.

1. Die Darstellung des Columbins und dessen Trennung von Colombosäure und Berberin gelingt am besten in der Weise, dass die Colombowurzel mit siedendem Aether vollkommen extrahirt wird. Beim Erkalten des Aethers scheidet sich Columbin, frei von Berberin und Colombosäure, mit wenig Fett verunreinigt aus. Der Rückstand der Aetherextraction giebt an siedenden Alcohol das colombosaure Berberin vollkommen ab, welche leicht, wie oben mitgeteilt wurde, getrennt werden können.

2. Das Columbin besteht aus weissen, nadelförmigen Krystallen, Schmelzpunkt 182°, unlöslich in Wasser, kaltem Aether oder Alcohol, leicht löslich in heissem Aether und Alcohol. Dasselbe darf seiner Constitution nach als ein Anhydrid und zwar ein inneres Anhydrid der Colombosäure von der Molekularformel C_{21} H_{24} O_7 betrachtet werden.

3. Das Columbin wird durch verdünnte Säuren oder Alkalien in eine Säure gespalten, die vollständig identisch ist mit der aus der Wurzel direkt dargestellten Colombosäure.

Beide Säuren sind braun gefärbt, amorph, unlöslich in Wasser und Aether, löslich in Alcohol.

Beide Säuren reduciren ammoniakalische Silberlösung und sind einbasisch.

Das mit der aus Columbin hergestellten Säure dargestellte basische Bleisalz stimmt mit dem von Boedecker aus der Colombosäure dargestellten überein, während das oben beschriebene eine regelmässigere Zusammensetzung hat.

In verdünnter Kalilauge mit roter Farbe löslich, werden beide Körper durch Mineralsäuren als gelbe, voluminös sich absetzende Niederschläge wieder ausgeschieden.

4. Die Colombosäure ist in der Colombowurzel an Berberin gebunden. Dieselbe verliert bei 130° ein Molekül H_2O und hat die Zusammensetzung $C_{20}\ H_{21}\ O_4\ COOH$.

Die Eigenschaften der Säure sind wie die der aus Columbin durch Spaltung dargestellten Säure.

Die Colombosäure enthält einen aromatischen Kern mit einer $O\,CH_3$ Gruppe, wahrscheinlich liegt ihr der Vanillinrest $C_6\ H_3\begin{cases}OH\\O\,CH_3\\CH\,O\end{cases}$ mit einer längeren Seitenkette der Fettreihe zu Grunde.